

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-27378

(P2004-27378A)

(43) 公開日 平成16年1月29日(2004.1.29)

(51) Int. Cl.⁷

D01F 2/28

F1

D01F 2/28 ZBPZ

テーマコード(参考)

4L035

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2002-181518 (P2002-181518)
(22) 出願日 平成14年6月21日(2002.6.21)

(71) 出願人 000003159
東レ株式会社
東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
(72) 発明者 山田 博之
静岡県三島市4845番地 東レ株式会
社三島工場内
(72) 発明者 新田 晋史
静岡県三島市4845番地 東レ株式会
社三島工場内
(72) 発明者 荒西 義高
静岡県三島市4845番地 東レ株式会
社三島工場内
Fターム(参考) 4L035 BB32 BB40 CC13 EE20

(54) 【発明の名称】 セルロース脂肪酸混合エステル繊維およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】繊維としてしかるべき良好な機械的特性、耐熱性を備えたセルロース脂肪酸混合エステル繊維およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維であって、強度が0.5～4.5 cN/dtex、伸度が5～50%であることを特徴とするセルロース脂肪酸混合エステル繊維およびその製造方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維であって、強度が0.5～4.5 cN/dtex、伸度が5～50%であることを特徴とするセルロース脂肪酸混合エステル繊維。

【請求項2】

セルロース脂肪酸混合エステルがセルロースアセテートプロピオネートであることを特徴とする請求項1記載のセルロース脂肪酸混合エステル繊維。

【請求項3】

単糸繊維度が0.5～100 dtex、U%が3%以下であることを特徴とする請求項1または2記載のセルロース脂肪酸混合エステル繊維。

【請求項4】

エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなる組成物を溶解紡糸することを特徴とするセルロース脂肪酸混合エステル繊維の製造方法。

【請求項5】

セルロース脂肪酸混合エステルがセルロースアセテートプロピオネートであることを特徴とする請求項4記載のセルロース脂肪酸混合エステル繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、セルロース脂肪酸混合エステル繊維およびその製造方法に関する。より詳しくは、セルロース脂肪酸混合エステルおよび可塑剤を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維およびその製造方法である。

【0002】

【従来の技術】

セルロースエステル、セルロースエーテルなどのセルロース系材料は、光合成による再生産可能なバイオマス材料として、また、環境中にて生分解可能な材料として昨今の大きな注目を集めつつある。

【0003】

セルロース系繊維に関しては、自然界中で産生する綿や麻などの短繊維をそのまま紡績して使用することが古くから行われてきた。一方、長繊維を得るためには、セルロースを特殊な溶剤系で溶解させ湿式紡糸法で製糸を行うか、あるいはセルロースアセテートのようにセルロースエステルをアセトンや塩化メチレン/アルコール混合液などの有機溶媒に溶解させた後、この溶媒を蒸発させながら紡糸する乾式紡糸法での製糸を行う方法が一般的である。これらの製法で得られたセルロース系繊維は、熱可塑性を有していないため、熱軟化挙動を利用しての延伸、仮燃加工などは困難であった。また湿式紡糸法あるいは乾式紡糸法を用いた場合には、溶媒除去しなくてはならない制約があり、繊維の断面を任意に設計することが困難であった。

【0004】

さらにはこれらの湿式紡糸法あるいは乾式紡糸法は、紡糸速度が遅いため生産性が低いという問題があるだけでなく、使用するアセトン、塩化メチレン、二硫化炭素などの有機溶剤が環境に対して悪影響を及ぼす懸念が強い。

【0005】

溶解紡糸法によるセルロースエステル繊維の製造に関しては、セルロースアセテート系組成物を利用する技術が特開昭56-91006号公報や特表平11-506175号公報などに開示されているが、いずれも大量の可塑剤を添加しているため、機械的特性不良、成型時の発煙、耐熱性不良、ヌメリ感などが問題となり、高品質の繊維を得ることが不可能であった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、従来技術の課題を解決し、長繊維として後加工などができる汎用性を持ち、かつ良好な機械的特性を備えたセルロース脂肪酸混合エステル繊維を生産性良く、環境に優しく提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

前述した本発明の課題は、エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維であって、強度が0.5～4.5cN/dtex、伸度が5～50%であることを特徴とするセルロース脂肪酸混合エステル繊維によって達成できる。

【0008】

また該繊維は、エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなる組成物を溶融紡糸することを中心とするセルロース脂肪酸混合エステル繊維の製造方法によって提供できる。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下、本発明のセルロース脂肪酸混合エステル繊維について詳細に説明する。

【0010】

本発明におけるセルロース脂肪酸混合エステル繊維は、エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる。

【0011】

本発明におけるセルロース脂肪酸混合エステルとは、セルロースの水酸基が2種類以上のエステル結合によって封鎖されているものをいう。具体的にはセルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートバリレート、セルロースプロピオネートブチレート、セルロースアセテートラウレート、セルロースアセテートステアレート、セルロースアセテートオレートなどが例示でき、セルロースアセテートプロピオネートが好ましい。セルロースアセテートプロピオネートは、アセチル基以外にプロピオニル基を含有したものであり、炭素数の多いエステル結合を導入した他のセルロース脂肪酸混合エステルと比較して、疎水性が低く、生分解性能を有するものである。そのためセルロース脂肪酸混合エステルとしてはセルロースアセテートプロピオネートが好ましい。

【0012】

セルロース脂肪酸混合エステルのエステル置換度は1.5～3.0である。延伸および仮撚加工などの後工程を施すため、エステル置換度は1.5以上のセルロース脂肪酸混合エステルを用いる。なお、セルロースの繰返し単位中に含まれる水酸基の数は3個であるため、エステル置換度の上限は3.0である。エステル置換度は1.8～2.9であることが好ましく、2.0～2.8であることがより好ましい。エステル置換のアシル基は2種類以上であり、各アシル基の置換度は任意のものを用いることができる。

【0013】

セルロース脂肪酸混合エステルの製造方法は、2種の脂肪酸無水物の混酸でセルロースをエステル化してセルローストリエステルを作り、加水分解によって所定のエステル置換度にする方法などが知られている。

【0014】

セルロース脂肪酸混合エステルの平均重合度は50以上である。100以上であることが好ましく、150以上であることがより好ましい。機械的特性を良好にするため、重合度

は50以上が必要である。可塑剤の含有量は2〜20重量%である。2重量%以上とすることで、熱可塑性を付与し、繊維の延伸、仮燃加工などを可能にする。20重量%以下とすることで、可塑剤の繊維表面へのしみだし（ブリードアウト）を防止して、織度斑、染め斑なく、ヌメリ感等のない風合いの良好な品位に優れた繊維を提供する。可塑剤の含有量は、好ましくは3〜18重量%、より好ましくは5〜15重量%である。

【0015】

本発明で具体的に用いることができる可塑剤は、低分子量可塑剤としては、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジヘキシルフタレート、ジオクチルフタレート、ジメトキシエチルフタレート、エチルフタリルエチルグルコレート、ブチルフタリルブチルグリコレートなどのフタル酸エステル類、テトラオクチルピロメリテート、トリオクチルトリメリテートなどの芳香族多価カルボン酸エステル類、ジブチルアジペート、ジオクチルアジペート、ジブチルセバケート、ジオクチルセバケート、ジエチルアゼレート、ジブチルアゼレート、ジオクチルアゼレートなどの脂肪族多価カルボン酸エステル類、グリセリントリアセテート、ジグリセリントトラアセテート、アセチル化グリセラライド、モノグリセラライド、ジグリセラライドなどの多価アルコールの脂肪酸エステル類、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリブトキシエチルホスフェート、トリクレジルホスフェートなどのリン酸エステル類などを挙げることができる。

【0016】

また高分子量の可塑剤としては、ポリエチレンアジペート、ポリブチレンアジペート、ポリエチレンサクシネート、ポリブチレンサクシネートなどのグリコールと二塩基酸とからなる脂肪族ポリエステル類、ポリ乳酸、ポリグリコール酸などのオキシカルボン酸からなる脂肪族ポリエステル類、ポリカプロラクトン、ポリプロピオラクトン、ポリバレロラクトンなどのラクトンからなる脂肪族ポリエステル類、ポリビニルピロリドンなどのビニルポリマー類などが挙げられる。可塑剤はこれらを単独もしくは併用して使用することができる。

【0017】

本発明において、エステル置換度が1.5〜3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80〜98重量%および可塑剤2〜20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維は、強度が0.5〜4.5 cN/dtex、伸度が5〜50%である。

【0018】

強度は0.5〜4.5 cN/dtexである。0.5 cN/dtex以上とすることにより、製織や製編時などの高次加工工程通過性が良好になり、また最終製品の強力も十分となり好ましい。強度は0.7 cN/dtex以上が好ましく、1.0 cN/dtex以上がより好ましい。

【0019】

伸度は5〜50%である。伸度を5%以上とすることにより、製織や製編時など高次加工工程において糸切れし難くなる。また、伸度を50%以下とすることにより、繊維は低い応力であれば変形することがなく、製織時の緯ひけなどによる最終製品の染色欠点を生じることがない。伸度は15〜45%が好ましく、20〜40%がより好ましい。

【0020】

本発明において、セルロース脂肪酸混合エステル80〜98重量%および可塑剤2〜20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維は、単糸繊度が0.5〜100 dtex、U%が3%以下が好ましい。

【0021】

単糸繊度は0.5〜100 dtexであることが好ましい。単糸繊度が0.5 dtex以上であれば、溶融紡糸において製糸性よく繊維を得ることができる。また、単糸繊度が100 dtex以下であれば、繊維構造物の曲げ剛性が大きすぎることなく、ソフトさが要求される衣料用布帛などにも適用することができる。単糸繊度はより好ましくは2〜50 dtexであり、更に好ましくは3〜25 dtexである。

【0022】

U%は3%以下であることが好ましい。U%とは、繊維の長さ方向の繊維斑を言う。測定方法は、後述する。U%が3%以下であることは、繊維の均一性に優れた繊維であり、より好ましくは2.5%以下、更に好ましくは2%以下である。

【0023】

繊維断面形状に関しては特に制限がなく、真円状の円形断面であっても良いし、また、多葉形、扁平形、楕円形、W字形、S字形、X字形、H字形、C字形、田字形、井桁形、中空などの異形断面系でも良い。

【0024】

本発明における脂肪族混合エステル繊維は、衣料用フィラメント、衣料用ステープル、産業用フィラメント、産業用ステープル、医療用フィラメントとすることが可能であり、また不織布用繊維とすることも好ましく採用できる。また、艶消し剤、消臭剤、難燃剤、糸摩擦低減剤、抗酸化剤、着色顔料、静電剤、抗菌剤等として、無機微粒子や有機化合物を必要に応じて含有することができる。

【0025】

次に本発明のセルロース脂肪酸混合エステル繊維の製造方法について詳細に説明する。

【0026】

本発明の製造方法は、エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなる組成物を熔融紡糸することである。

【0027】

本発明におけるセルロース脂肪酸混合エステル繊維は熔融紡糸法により得るものである。熔融紡糸法は、湿式紡糸法や乾式紡糸法に比べて熱軟化挙動を利用するものであるため、延伸、仮燃加工ができ、さらに高品質な長繊維を生産性良く得ることができるものである。また溶媒などの環境に影響を及ぼす要因もなく、環境に優れた製法である。

【0028】

機械的特性、耐熱性に優れたセルロース脂肪酸混合エステル繊維を得るためには、エステル置換度が1.5～3.0、平均重合度が50以上であるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなる組成物を熔融紡糸することにより得られる。

【0029】

セルロース脂肪酸混合エステルの置換度は1.5～3.0である。置換度が1.5～3.0の場合、熱流動性が良好で製糸性が良い。置換度が1.5未満の場合、熔融粘度が非常に高く製糸性が極端に悪くなってしまう。置換度は1.8～2.9であることが好ましく、2.0～2.8であることがより好ましい。

【0030】

セルロース脂肪酸混合エステルの平均重合度は50以上である。100以上であることが好ましく、150以上であることがより好ましい。平均重合度が50未満の場合、耐熱性の悪いものとなってしまう。

【0031】

可塑剤の含有量は2～20重量%である。可塑剤の含有量が20%より多い場合、熔融紡糸時に、可塑剤の蒸散に起因する発煙の問題が生じ、紡糸環境が劣悪となってしまう。

【0032】

本発明におけるセルロース脂肪酸混合エステル80～98重量%および可塑剤2～20重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物は、220℃・1000sec⁻¹における熔融粘度が50～300Pa・secであることが望ましい。220℃・1000sec⁻¹における熔融粘度が50～300Pa・sec内である場合には、紡出後の固化が十分に進み、収束しても繊維同士が膠着することがないため好ましい。またこの場合、口金背面圧が十分に得られるため、分配性が良好となり、繊維の均一性が保持される。さらには紡出糸条の曳糸性が良好であり、機械的特性の優れた繊維となる。

。良好な流動性の観点から、 $220^{\circ}\text{C} \cdot 1000\text{sec}^{-1}$ における熔融粘度が $70 \sim 250\text{Pa} \cdot \text{sec}$ であることがより好ましく、 $80 \sim 200\text{Pa} \cdot \text{sec}$ であることが更に好ましい。

【0033】

また、本発明におけるセルロース脂肪酸混合エステル $80 \sim 98$ 重量%および可塑剤 $2 \sim 20$ 重量%を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物は、 250°C での加熱減量率が 5 重量%以下であることが望ましい。ここでいう加熱減量率とは、窒素流入下、組成物を 400°C まで昇温した時、 250°C での重量減少率のことである。得られる繊維の機械的特性を良好にするため、および成形品の着色を防止するため、加熱減量率は 5 重量%以下が好ましい。より好ましくは 4 重量%以下、更に好ましくは 3 重量%以下である。

【0034】

本発明における熔融紡糸法は、セルロース脂肪酸混合エステルおよび可塑剤を少なくとも含んでなる組成物を公知の熔融押出紡糸機において、加熱熔融した後、口金から押出し、紡糸し、必要に応じて延伸し巻き取る方法である。この際、紡糸温度は $180 \sim 260^{\circ}\text{C}$ が好ましく、さらに好ましくは $190 \sim 250^{\circ}\text{C}$ である。紡糸温度を 180°C 以上とすることにより、熔融粘度が低くなり熔融紡糸性が向上するので好ましい。また、 260°C 以下にすることにより、組成物の熱分解が抑制されるため好ましい。

【0035】

良好な機械的特性を有する繊維を得るためには、紡糸速度は $300 \sim 3000\text{m}/\text{分}$ であることが好ましく、 $300 \sim 2500\text{m}/\text{分}$ であることがより好ましく、 $300 \sim 2000\text{m}/\text{分}$ であることが更に好ましい。

【0036】

本発明におけるセルロース脂肪酸混合エステル繊維の繊維断面形状に関しては特に制限がなく、真円状の円形断面であってもよいし、多葉形、扁平形、楕円形、W字形、S字形、X字形、H字形、C字形、田字形、井桁形、中空などの異形断面であってもよい。また、芯鞘複合、偏芯芯鞘複合、サイドバイサイド型複合、異織度混織などのように複合繊維であってもよい。

【0037】

また、艶消し剤、消臭剤、難燃剤、糸摩擦低減剤、抗酸化剤、着色顔料、静電剤、抗菌剤等として、無機微粒子や有機化合物を必要に応じて含有することができる。

【0038】

【実施例】

以下、実施例により本発明をより詳細に説明する。なお、実施例中の各特性値は次の方法で求めた。

【0039】

A. 強度および伸度

オリエンテック社製テンシロンUCT-100型を用い、試料長 20cm 、引張速度 $20\text{cm}/\text{min}$ の条件で引張試験を行って、最大荷重の示す点の応力を繊維の強度($\text{cN}/\text{d tex}$)とした。また破断時の伸度を繊維の伸度(%)とした。

【0040】

B. 単糸織度

熔融紡糸により得られたマルチフィラメントの織度を口金ホール数で除した値である。

【0041】

C. U%

ツェルベガーウスター社製ウスターテスター4-CXにて給糸速度 $200\text{m}/\text{min}$ で1分間の測定を行い、得られた値をU%とした。

【0042】

D. 熔融粘度

100°C で12時間真空乾燥して絶乾状態とした測定用試料 20g を、東洋精機(株)製

キャピログラフを用いて、測定温度220℃、使用ダイ寸法1mmφ×10mmLの条件で溶融粘度を測定し、溶融粘度の剪断速度依存性の関係式を得、この式より剪断速度が1000sec⁻¹の時の溶融粘度を算出し、組成物の溶融粘度(Pa・sec)とした。

【0043】

E. 加熱減量率

マックサイエンス社製TG-DTA2000Sを用いて測定した。100℃で12時間、真空乾燥した組成物10mgを精秤し、窒素流入(50ml/min)下、昇温速度10℃/minの条件で400℃まで昇温した時の250℃での重量減量率を加熱減量率とした。

【0044】

F. 製糸性

溶融紡糸法による繊維化を行うにあたり、糸切れなく安定して製糸が可能なものを○、走行糸条が安定せず、糸切れが発生するようなものを×とした。

【0045】

G. 風合い

得られた繊維を用いて27ゲージの丸編みを作製し、官能調査によって風合いを評価した。ソフトな風合いを有している高品質のものを○、ヌメリ感があったり、着色などが見られる低品質のものを×とした。

【0046】

実施例1

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート(エステル置換度:2.7、平均重合度:240)88重量%と可塑剤(アジピン酸ジオクチル)12重量%を含有した組成物の溶融粘度は120.1Pa・secと良好な熱流動性を示していた。また加熱減量率は2.0%であり、耐熱性は良好であった。

【0047】

この組成物を単軸型溶融紡糸機を用いて、メルター温度230℃にて溶融させ、吐出量5.9g/minの条件で、0.23mmφ-0.30mmLの口金孔を6ホール有するバック部温度230℃の口金より紡出させた。紡出糸条は25℃のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、450m/分で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が0.1cN/dtexとなる速度で回転するワインダーにて巻き取った。製糸性は極めて良好であり、糸切れは全く認められなかった。得られた繊維は、強度が1.0cN/dtex、伸度が38%、単糸繊維度が21.9dtex、U%が0.7%であった。得られた繊維を筒編み機(丸善産業(株)製筒編み機MR1型、27ゲージ)にて、編み地の作製を試みたところ、編み立て性は良好であり、ソフトな風合いを有する編み地が得られた。

【0048】

実施例2

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート(エステル置換度:2.0、平均重合度:240)91重量%と可塑剤(アジピン酸ジオクチル)9重量%を含有した組成物の溶融粘度は173.6Pa・secと良好な熱流動性を示していた。また加熱減量率は1.1%であり、耐熱性は良好であった。

【0049】

この組成物を単軸型溶融紡糸機を用いて、メルター温度240℃にて溶融させ、吐出量6.2g/minの条件で、0.23mmφ-0.30mmLの口金孔を12ホール有するバック部温度240℃の口金より紡出させた。紡出糸条は25℃のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、1000m/分で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が0.1cN/dtexとなる速度で回転するワインダーにて巻き取った。製糸性は極めて良好であり、糸切れは全く認められなかった。得られた繊維は、強度が1

・ 2cN/dtex 、伸度が20%、単糸繊度が 5.2dtex 、 $U\%$ は0.9%であった。また編み地の作製を試みたところ、編み立て性は良好であり、ソフトな風合いを有する編み地が得られた。

【0050】

実施例3

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：2.5、平均重合度：140）91重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）9重量%を含有した組成物の熔融粘度は $180\text{Pa}\cdot\text{sec}$ と良好な熱流動性を示していた。また加熱減量率は1.3%であり、耐熱性は良好であった。

【0051】

この組成物を単軸型熔融紡糸機を用いて、メルター温度240℃にて熔融させ、吐出量 6.1g/min の条件で、 $0.23\text{mm}\phi-0.30\text{mmL}$ の口金孔を24ホール有するバック部温度240℃の口金より紡出させた。紡出糸条は25℃のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、750m/分で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が 0.1cN/dtex となる速度で回転するワインダーにて巻き取った。製糸性は極めて良好であり、糸切れは全く認められなかった。得られた繊維は、強度が 0.8cN/dtex 、伸度が25%、単糸繊度が 3.4dtex 、 $U\%$ は0.6%であった。また編み地の作製を試みたところ、編み立て性は良好であり、ソフトな風合いを有する編み地が得られた。

【0052】

実施例4

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：2.3、平均重合度：180）89重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）11重量%を含有した組成物の熔融粘度は $175\text{Pa}\cdot\text{sec}$ と良好な熱流動性を示していた。また加熱減量率は1.6%であり、耐熱性は良好であった。

【0053】

この組成物を単軸型熔融紡糸機を用いて、メルター温度245℃にて熔融させ、吐出量 4.5g/min の条件で、 $0.23\text{mm}\phi-0.30\text{mmL}$ の口金孔を36ホール有するバック部温度245℃の口金より紡出させた。紡出糸条は25℃のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、500m/分で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が 0.1cN/dtex となる速度で回転するワインダーにて巻き取った。製糸性は極めて良好であり、糸切れは全く認められなかった。得られた繊維は、強度が 0.9cN/dtex 、伸度が31%、単糸繊度が 2.5dtex 、 $U\%$ は0.5%であった。また編み地の作製を試みたところ、編み立て性は良好であり、ソフトな風合いを有する編み地が得られた。

【0054】

実施例5

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：2.9、平均重合度：300）90重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）10重量%を含有した組成物の熔融粘度は $105.8\text{Pa}\cdot\text{sec}$ と良好な熱流動性を示していた。また加熱減量率は2.0%であり、耐熱性は良好であった。

【0055】

この組成物を単軸型熔融紡糸機を用いて、メルター温度240℃にて熔融させ、吐出量 21.6g/min の条件で、 $0.23\text{mm}\phi-0.30\text{mmL}$ の口金孔を18ホール有するバック部温度240℃の口金より紡出させた。紡出糸条は25℃のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、1200m/分で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が 0.1cN/dtex となる速度で回転するワインダーにて巻き取った。

。製糸性は極めて良好であり、糸切れは全く認められなかった。得られた繊維は、強度が 1.4 cN/dtex 、伸度が21%、単糸繊度が 10.0 dtex 、U%は0.8%であった。また編み地の作製を試みたところ、編み立て性は良好であり、ソフトな風合いを有する編み地が得られた。

【0056】

比較例1

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテート（エステル置換度：2.4、平均重合度：180）90重量%と可塑剤（トリアセチン）10重量%を含有した組成物の熔融粘度は $1050\text{ Pa}\cdot\text{sec}$ であり熱流動性が悪く、熔融紡糸による繊維化は不可能であった。

【0057】

比較例2

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：2.7、平均重合度：240）99重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）1%を含有した組成物の熔融粘度は $800\text{ Pa}\cdot\text{sec}$ であり熱流動性は極めて悪く、熔融紡糸による繊維化は不可能であった。

【0058】

比較例3

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：2.7、平均重合度：240）65重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）35重量%を含有した組成物の熔融粘度は $35.5\text{ Pa}\cdot\text{sec}$ と良好な熱流動性を示していた。また加熱減量率は9.5%であり、耐熱性は悪いものであった。

【0059】

この組成物を単軸型熔融紡糸機を用いて、メルト温度 230°C にて溶解させ、吐出量 7.2 g/min の条件で、 $0.23\text{ mm}\phi-0.30\text{ mmL}$ の口金孔を12ホール有するバック部温度 230°C の口金より紡出させた。紡出糸条は 25°C のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、 500 m/分 で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が 0.1 cN/dtex となる速度で回転するワインダーにて巻き取った。多量の可塑剤を含有しているため、走行糸状は安定せず、糸切れが多発した。得られた繊維は、強度が 0.4 cN/dtex 、伸度が55%、単糸繊度が 12.0 dtex 、U%が3.5%であり、繊維斑の大きな繊維となった。得られた繊維は黄味がかっていた。筒編み機にて編み地の作成を行ったところ、非常にヌメリのある編み地であった。

【0060】

比較例4

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：2.0、平均重合度：40）91重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）9重量%を含有した組成物の熔融粘度は $45\text{ Pa}\cdot\text{sec}$ であった。また加熱減量率は5.2%であった。

【0061】

この組成物を単軸型熔融紡糸機を用いて、メルト温度 210°C にて溶解させ、吐出量 3.2 g/min の条件で、 $0.23\text{ mm}\phi-0.30\text{ mmL}$ の口金孔を6ホール有するバック部温度 210°C の口金より紡出させた。紡出糸条は 25°C のチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、 500 m/分 で回転する第1ゴデットローラーにて引き取り、第1ゴデットローラーと同じ速度で回転する第2ゴデットローラーを介して、巻き取り張力が 0.1 cN/dtex となる速度で回転するワインダーにて巻き取った。巻き取り中、ポリマーの熱劣化に起因して、糸切れが10回以上発生した。得られた繊維は、強度が 0.4 cN/dtex 、伸度が21%、単糸繊度が 10.7 dtex 、U%が1.1%であった。得られた繊維は黄味がかっており、強度が低いものであった。また編み地の作製を試みたところ、得られた編み地は黄味がかっており、低品質のものであった。

【0062】

比較例5

100℃、12時間の真空乾燥により絶乾状態としたセルロースアセテートプロピオネート（エステル置換度：1.4、平均重合度：200）90重量%と可塑剤（アジピン酸ジオクチル）10重量%を含有した組成物の熔融粘度は530Pa・secと熱流動性は悪く、熔融紡糸による繊維化は不可能であった。

【0063】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
ポリマー	CAP	CAP	CAP	CAP	CAP	CA	CAP	CAP	CAP	CAP
エステル置換度	2.7	2.0	2.5	2.3	2.9	2.4	2.7	2.7	2.0	1.4
平均重合度	240	240	140	180	300	180	240	240	40	200
可塑剤含有量(%)	12	9	9	11	10	10	1	35	9	10
強度(cN/dtex)	1.0	1.2	0.8	0.9	1.4	-	-	0.4	0.4	-
伸度(%)	38	20	25	31	21	-	-	55	21	-
単糸線度(dtex)	21.9	5.2	3.4	2.5	10.0	-	-	12	10.7	-
U%	0.7	0.9	0.6	0.5	0.8	-	-	3.5	1.1	-
製糸性	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×
風合い	○	○	○	○	○	-	-	×	×	-

CAP:セルロースアセテートプロピオネート、CA:セルロースアセテート

【0064】

【発明の効果】

本発明のセルロース脂肪酸混合エステルおよび可塑剤を少なくとも含んでなるセルロース脂肪酸混合エステル組成物よりなる繊維は、繊維としてしかるべき機械的特性、耐熱性を

有している。溶融紡糸により得られるセルロース脂肪族混合エステル繊維は生産性が高く、制御された繊維断面を有している。この繊維は衣料用、医療用および産業用繊維、不織布などとして好適に用いることができる。